

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-026731

(43)Date of publication of application : 25.01.2000

(51)Int.Cl.

C08L 83/06

C08K 3/34

C08K 5/54

C09K 3/10

(21)Application number : 10-211896

(71)Applicant : SHIN ETSU CHEM CO LTD

(22)Date of filing : 10.07.1998

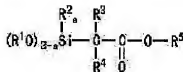
(72)Inventor : SAKAMOTO TAKAFUMI  
MIYAKE MASATOSHI

## (54) ROOM TEMPERATURE CURABLE ORGANOPOLYSILOXANE COMPOSITION FOR CLEAN ROOM

(57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To obtain a room temperature curable organopolysiloxane composition for clean rooms which releases no basic materials, causes no contact point troubles and is excellent in preservation stability and adhesiveness by making the composition to contain a specific diorganopolysiloxane and an acidic filler.

**SOLUTION:** This room temperature curable organopolysiloxane composition for clean rooms is obtained by blending preferably 5-200 pts.wt. of (B) an acidic filler such as (surface treated) kaolin clay, or the like, with 0.1-20 pts.wt. of (C) an alkoxy- $\alpha$ -silyl ester expressed by the formula [R1 and R2 are each methyl or ethyl; R3 and R4 are each H or a (substituted) monovalent hydrocarbon; R5 is a (substituted)  $\geq 6C$  monovalent hydrocarbon; (a) is 0 or 1], based on 100 pts.wt. of (A) a diorganopolysiloxane having



molecular chain ends sealed with 1-3 alkoxy residues or vinyloxy residues and  $\geq 25$  cSt viscosity and containing  $\leq 0.1$  wt.% of cyclic and straight chain siloxanes having 3-20 degree of polymerization as impurities.

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] Especially this invention relates to a dealcoholization type room-temperature-curing nature organopolysiloxane constituent suitable as a material used around the sealing material for clean rooms, or the contact member for electric electrons about a room-temperature-curing nature organopolysiloxane constituent.

[0002]

[Description of the Prior Art] The dealcoholization type room-temperature-curing nature organopolysiloxane constituent is especially used abundantly from the field of heat resistance, an electrical property, and workability as a material used around the sealing material for clean rooms, or the contact member for electric electrons. However, in this kind of organopolysiloxane (silicone) constituent, Since the low-boiling-point silane compound is contained as a volatile low molecule siloxane and preservation stabilizer and hardening agent as an impurity in organopolysiloxane which is base polymer, When the above-mentioned constituent is used for the place by which accumulation is carried out like an electric contact part, said low molecule siloxane or a low-boiling point silane compound volatilizes, and it burns by the spark generated at a point of contact, becomes a silicon dioxide (silica), and adheres to a point of contact. As a result, it will be in the state where the contacting part was covered with the insulator layer, and there is a fault which causes the contact fault of a motor circuit, a relay circuit, etc. stopping achieving a normal function. Since the base polymer by which the content of the low molecule siloxane was reduced as much as possible came to be produced by improvement in art, such as a stripping method, in recent years, the problem of the contact fault by a low molecule siloxane is still insufficient, although improved.

[0003] On the other hand, the demand to the sealing material for clean rooms in recent years, In order not to reduce the sensitivity of the resist used for manufacture of a semiconductor in a clean room, the severe conditions which reduced the content of the volatile constituent of the alkali from a sealing material from the conventional ppm unit to the ppb unit are demanded. Therefore, the measure is needed also about the bulking agent added for the purpose of reinforcing effects, such as a sealing material's adhesive property and a mechanical strength. In the conventional sealing material for clean rooms, since calcium carbonate was mainly used as a bulking agent, there was a possibility of starting the adverse effect to semiconductor resist etc. by this alkali. Sufficient preservation stability and an adhesive property were not acquired in calcium carbonate.

[0004]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] Therefore, the purpose of this invention does not emit an alkali and does not cause a contact fault, And it is in providing the dealcoholization type room-temperature-curing nature silicone composition suitable as a material used especially around the sealing material for clean rooms, or the contact member for electric electrons excellent in preservation stability and an adhesive property.

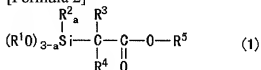
[0005]

[Means for Solving the Problem] In order to solve the above problems in conventional technology, as a result of examining many things, by using an acid bulking agent, especially kaolin clay as a bulking agent, this invention persons found out that the above-mentioned purpose could be attained, and reached this invention.

[0006] That is, this invention provides a room-temperature-curing nature

organopolysiloxane constituent for clean rooms in which (A) molecular chain terminals contain diorganopolysiloxane blocked with a hydroxyl group, 1-3 alkoxy groups, or a BINIROKISHI group, and (B) acidity bulking agent. (B) As an acid bulking agent of an ingredient, it is preferred that they are kaolin clay or the kaolin clay by which the surface treatment was carried out. As diorganopolysiloxane of the (A) ingredient, what made annular [ of the degrees of polymerization 3-20 as an impurity ] and content of a straight-chain-shape siloxane 0.1 or less % of the weight is preferred. A constituent of this invention is the (C) general formula further (1). : [0007]

[Formula 2]



however,  $R^1$  in a formula and  $R^2$  -- a methyl group or an ethyl group.  $R^3$  and  $R^4$  are the monovalent hydrocarbon groups of a hydrogen atom, unsubstituted, or substitution respectively,  $R^5$  is a monovalent hydrocarbon group of unsubstituted [ with a carbon numbers of six or more ] or substitution, and a is an integer of 0 or 1. It is preferred to contain the alkoxy alpha-silylester shown.

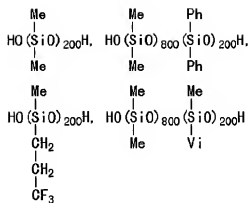
[0008]

[Embodiment of the Invention](A) Diorganopolysiloxane of the (A) ingredient which constitutes the constituent of diorganopolysiloxane this invention,  $:R_cSiO_{4+with}$  base polymer (for example, average composition formula (I))-(c/2)(I) of this constituent (here) R is substitution or an unsubstituted monovalent hydrocarbon group independently, and c is the number of 1.90-2.05. What is shown was mentioned, and although it is straight chain shape fundamentally, it may branch in part.

[0009]In average composition formula (I), the carbon numbers 1-10, especially the thing of 1-8 are preferred as R, Specifically The alkyl group; vinyl group of the carbon numbers 1-8, such as a methyl group, an ethyl group, a propyl group, and a butyl group, The alkenyl group of the carbon numbers 2-6, such as an allyl group; The aryl group; benzyl of the carbon numbers 6-18, such as a phenyl group and a tolyl group, A chloromethyl group, a 3,3,3-trifluoropropyl group, etc. which replaced aralkyl group [ of the carbon numbers 7-21 of 2-phenylethyl group etc. ], and some or all of the hydrogen atom of these groups with the halogen atom etc. are mentioned. The following compound can be illustrated as such an alkoxy group content organosilicon compound. The inside Me of a following formula expresses a methyl group, and, as for Ph, substitution or an unsubstituted phenyl group, and Vi express a vinyl group.

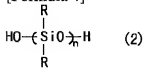
[0010]

[Formula 3]



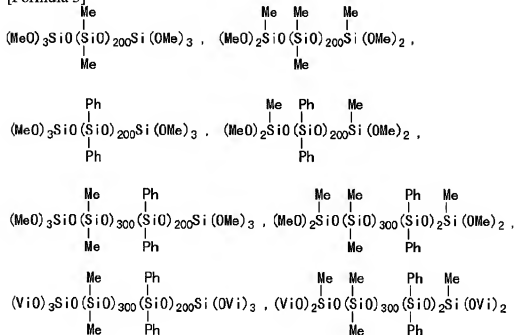
General formula (2) of \*\*: [0011]

[Formula 4]



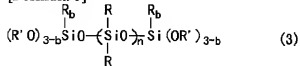
(-- however, R -- the above -- the same -- n expresses the number with which the viscosity at 25 \*\* serves as 25cSt.) -- alpha shown and omega-diorganopolysiloxane diol; [0012]

[Formula 5]



General formula (3) of \*\*: [0013]

[Formula 6]



(-- however, R and n -- the above -- the same -- R' expresses the alkyl group of the carbon numbers 1-4, or a vinyl group, and b is 0 or 1.) -- end alkoxy \*\* shown -- BINIROKISHI diorganopolysiloxane.

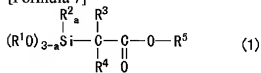
[0014] As a (A) ingredient, annular [ of the degrees of polymerization 3-20 as an impurity ] and content of a straight-chain-shape siloxane are 0.1 or less % of the weight respectively, and 0.03 or less % of the weight of a thing is suitably used [ especially a degree of polymerization ] for content of ten or less low molecule siloxane. (A) Viscosity at 25 \*\* of an ingredient is 25 or more cSt usually 100 - 50,000cSt 25 to 100,000 cSt especially preferably. Thereby, a hardened material obtained from a constituent of this invention shows good rubber elasticity and an outstanding mechanical strength.

[0015] (B) An acid bulking agent, next a bulking agent of the (B) ingredient which is the most important component of this invention are acid bulking agents. If an acid bulking agent is an acid bulking agent, it will not be restricted, but kaolin clay is preferred for it. Kaolin clay which clay etc. by which an unsettled thing, a thing by which the surface was processed by a silane coupling agent etc., a thing to which a crystal structure of clay was changed by moment calcination, a thing which raised a whiteness degree by double calcination, etc. were processed as kaolin clay were illustrated, and was processed especially is preferred. As a commercial item of kaolin clay, BAGESU clay, such as the kaolin clay icecap K, the kaolin clay KE, etc. of the Burgess pigment company, is useful. (B) Loadings of an ingredient are usually the range of 1 - 400 weight section to (A) ingredient 100 weight section, and are the range of 5 - 200 weight section preferably. When it may stop showing mechanical strength with a hardened material sufficient in less than one weight section obtained from this constituent and 400 weight sections are exceeded, rubber strength after not \*\*\*\*\* to which viscosity of a constituent obtained increases and workability worsens but hardening may fall, and desired rubber elasticity may become difficult to get.

[0016] (C) It is preferred to contain alkoxy alpha-silylester shown in it with a following general formula (1) as a (C) ingredient in order to raise hardenability and preservation stability of a constituent in a constituent of alkoxy alpha-silylester this invention further.

General formula (1) : [0017]

[Formula 7]



[0018] In a general formula (1), R<sup>1</sup> and R<sup>2</sup> are a methyl group or an ethyl group, R<sup>3</sup> and R<sup>4</sup> are the monovalent hydrocarbon groups of a hydrogen atom, unsubstituted, or substitution respectively, R<sup>5</sup> is a monovalent hydrocarbon group of unsubstituted [ with a carbon numbers of six or more ] or substitution, and a is an integer of 0 or 1. As R<sup>3</sup> and R<sup>4</sup>, for example A hydrogen atom; methyl group, The alkenyl group; phenyl group of the carbon numbers 2-10, such as an alkyl group; vinyl group of the carbon numbers 1-10 of an ethyl group, a propyl group, a butyl group, a 2-ethylhexyl group, etc.; The basis etc. which replaced at least some hydrogen atoms of cyclohexyl group; and these bases with the halogen atom etc. are mentioned, A hydrogen atom, a methyl group, an ethyl group, and a propyl group are especially preferred. As R<sup>5</sup>, the basis etc. which were replaced with the halogen atom etc. are mentioned and especially at least some hydrogen atoms of

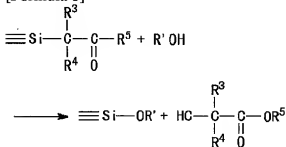
alkyl group; cyclohexyl group; of the aryl group; carbon numbers 6-30 of the carbon numbers 6-12, such as a phenyl group, and these bases, for example A phenyl group, The alkyl group of the carbon numbers 6-20 is preferred.

[0019] In JP, 3-47868, A which this invention persons proposed previously, a cause that the preservation stability of the conventional dealcoholization type room-temperature-curing nature silicone composition and hardenability are low, Reactivity with an alkoxy group in a low molecule silane compound which has a hydroxyl group in organopolysiloxane which has a hydroxyl group in molecular chain terminals, and an alkoxy group which should react to moisture contained in a bulking agent is low. It has already traced that it is because free alcohol generated by that it is because an unreacted silanol group remains and the reaction of a silane compound and a hydroxyl group which have an alkoxy group exists in a constituent. After mixing a bulking agent as a (B) ingredient to diorganopolysiloxane as a (A) ingredient in a constituent of this proposal, A constant rate of alkoxy silane or a partial decomposition product of those is mixed under air shutoff at this, Made a silanol group and moisture which are first contained in the (A) ingredient and the (B) ingredient, respectively react to alkoxy silane or its partial hydrolysate, and a silanol group and alcohol were made to remain in a mixture, subsequently alpha-silylester was added and alcohol which remains is removed. Then, a result of having examined structure of the above-mentioned alpha-silylester wholeheartedly in order that this invention persons might simplify a constituent further, An organosilicon compound which is the (C) ingredient of a general formula (1) does not volatilize for a high boiling point, but, moreover, find out that it is high activity to a silanol group or alcohol, and by this, A RTV organopolysiloxane constituent of this invention which was excellent also in preservation stability and hardenability was able to be obtained without causing a contact fault by the above-mentioned volatility or low boiling point components, as conventional technology explained.

[0020] An organosilicon compound used as a (C) ingredient of this invention, Alcohol by which it was generated at a reaction of a silanol group and moisture which are contained in diorganopolysiloxane of the (A) ingredient and a bulking agent of the (B) ingredient, respectively, and an alkoxy group of the (C) ingredient is made to react, as shown in the following formula, and alcohol is removed.

[0021]

[Formula 8]



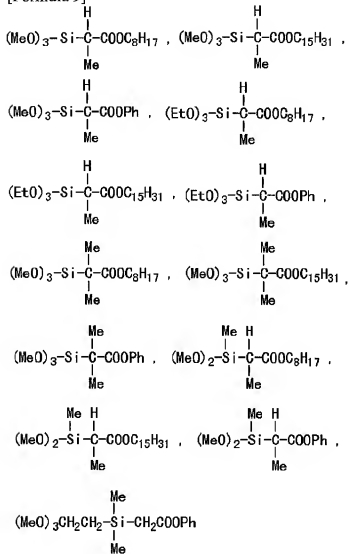
(Here, R<sup>3</sup>, R<sup>4</sup>, and R<sup>5</sup> are as aforementioned and R' is an alkyl group.)

The alkoxy silane or the alkoxy siloxane generated at the above-mentioned reaction, and an ester compound do not have an adverse effect on the constituent of this invention at all. By addition of this organosilicon compound, the constituent of this invention becomes what was further excellent in hardenability and preservation stability.

[0022]The following are illustrated as alkoxy alpha-silylester shown by a general formula (1). As for a methyl group and Et, an ethyl group and Ph of Me are phenyl groups among a formula.

[0023]

[Formula 9]



The partial hydrolysate of the compound enumerated [ above-mentioned ], i.e., the siloxane which carried out partial hydrolysis condensation, can be used.

[0024]As for the loadings of the organosilicon compound of this (C) ingredient, basis \*\*SiX which expresses with X the basis shown by said general formula (1), and the (C) ingredient has since a reaction with alcohol advances easily and stoichiometrically is \*\*SiX/ROH>=1 (mole ratio).

What is necessary is just to make it become. Generally, 0.1 or more weight sections per (A) ingredient 100 weight section of loadings of the (C) ingredient are 20 or less weight sections preferably. (A) By less than 0.1 weight sections, there is a possibility that alcohol may remain, to ingredient 100 weight section. It is not necessary to blend more than 20 weight sections, and usually becomes economically and disadvantageous.

[0025]In the constituent of other ingredient this inventions, a publicly known organic tin compound and an organic titanium compound can also be conventionally added as a curing catalyst. As an organic tin compound, are publicly known as a condensation reaction catalyst currently used for this kind of constituent from the former, For example, dibutyltin diacetate, dibutyl tin JIOKUTETO, dibutyltin dilaurate, Dibutyl tin diolate, diphenyl tin diacetate, dibutyl tin oxide, a dibutyl tin JIMETOKI side, dibutylbis(TORJETOKISHI siloxy)tin, dibutyl tin benzyl malate, etc. can be mentioned. Similarly, an organic titanium compound is also publicly known as a condensation reaction catalyst currently used for this kind of constituent from the former, for example, can mention tetraisopropoxy titanium, tetrabutoxytitanium, a titanium JIISOPUROPKI side screw (ethylacetoacetate), etc. The loadings of this curing catalyst are 0.1 - the amount part of duplexes preferably 0.01 to 10 weight section to (A) ingredient 100 weight section. Since the function as a curing catalyst will not fully be exhibited if too small, cure time becomes long. If too large, the preservation stability of this constituent will become low.

[0026]In order to raise mechanical properties of a silicone rubber elastic body obtained in a constituent of this invention, It is also possible to add a thixotropy grant agent, a heat-resistant improver, colorant, an adhesive grant agent (for example, methyl trimetoxysilane), etc. in order to add a bulking agent of a fumed silica system and to adjust the physical properties further.

[0027]The (C) ingredient and other addition ingredients will be mixed and preparation of a constituent and a constituent of use this invention will be prepared, if it is the (A) ingredient, the (B) ingredient, and necessity. In this way, with humidity, a constituent of this invention obtained is hardened and serves as a silicone rubber elastic body. Since this rubber elastomer has outstanding heat resistance, opposite \*\*\*\*, and the low-temperature characteristic which are the features of silicone rubber, practical use in an extensive field is possible for it. It is suitable as a material used especially around a sealing material for clean rooms, or the contact member for electric electrons.

[0028]

[Example]Next, the synthetic example and example of organopolysiloxane of the (A) ingredient which constitute the constituent of this invention explain this invention. The part in an example shows a weight section, and viscosity shows the measured value in 25 \*\*.

Example 1 both ends by the poly dimethylsiloxane blocked by the hydroxy group low molecule content, In a with a degree of polymerization of ten or less thing, the thing of 0.01 or less % of the weight and the degrees of polymerization 3-20 at less than 0.05wt%. To 55 copies of poly dimethylsiloxane of 5,000cSt, viscosity mixed uniformly 45 copies of kaolin clay (Burgess pigment company make trade name kaolin clay icecap K), and manufactured the base compound to it. Subsequently, three copies of methyl trimetoxysilane and 2.5 copies of titanium JIISOPUROPKI side screws (ethylacetoacetate) were blended with these 100 copies of base compounds, it agitated for 15 minutes under hygroscopic-surface-moisture interception and decompression, and the RTV organopolysiloxane constituent was prepared (constituent 1). Six copies of 2-trimethoxysilyl propionic acid 2-ethylhexyl and 0.2 copy of dibutyltin dioctoate were added to these 100 copies of \*-SUKON pounds, it agitated for 15 minutes under hygroscopic-surface-moisture interception and decompression, and the RTV



organopolysiloxane constituent was prepared (constituent 2).

[0029]Example dyad chain both ends by the poly dimethylsiloxane blocked by three alkoxy groups low molecule content, In a with a degree of polymerization of ten or less thing, the thing of 0.01 or less % of the weight and the degrees of polymerization 3-20 at less than 0.05wt%. Viscosity mixed uniformly 45 copies of kaolin clay (trade name kaolin clay KE by the Burgess pigment company) by which the surface treatment was carried out to 55 copies of poly dimethylsiloxane of 8,000cSt, and the base compound was manufactured. Subsequently, three copies of methyl trimetoxysilane and 2.5 copies of titanium JIISOPUPOKI side screws (ethylacetoacetate) were blended with these 100 copies of base compounds, it agitated for 15 minutes under hygroscopic-surface-moisture interception and decompression, and the RTV organopolysiloxane constituent was prepared (constituent 3). Six copies of 2-trimethoxysilyl propionic acid 2-ethylhexyl and 0.2 copy of dibutyltin dioctoate were added to these 100 copies of base compounds, it agitated for 15 minutes under hygroscopic-surface-moisture interception and decompression, and the RTV organopolysiloxane constituent was prepared (constituent 4).

[0030]Comparative example 1 both ends by the poly dimethylsiloxane blocked by the hydroxy group low molecule content, In the thing of 0.01 or less % of the weight and the degrees of polymerization 3-20, at 0.05 or less % of the weight, viscosity mixed 45 copies of calcium carbonate uniformly to 55 copies of poly dimethylsiloxane of 5,000cSt, and a with a degree of polymerization of ten or less thing manufactured the base compound. Subsequently, three copies of methyl trimetoxysilane and 2.5 copies of titanium JIISOPUPOKI side screws (ethylacetoacetate) were blended with these 100 copies of base compounds, it agitated for 15 minutes under hygroscopic-surface-moisture interception and decompression, and the RTV siloxane constituent was prepared (constituent 5). Next, the obtained uncured material 100g was put into the container with a capacity of 5 l., \*\*\*\*\* of the micro motor (M) by the variable constant voltage power supply (2.0V-150mA) shown in drawing 1 was performed, and the waveform of this motor was observed using the synchroscope. When the waveform became unusual and generating of the contact fault about these constituents was investigated as what became a contact fault, the result as shown in Table 1 was obtained. Except the content of the low molecule siloxane of the degrees of polymerization 3-20 having used both-ends hydroxypoly dimethylsiloxane which is 0.5 % of the weight for reference, when the RTV siloxane constituent was prepared similarly and generating of the contact fault was investigated, the motor stopped three pieces.

[0031]When the class product was extruded to the 2-mm-thick sheet shaped and it next put to the air of RH 20 \*\* and 55%, in 25 minutes, the constituent 2 was for 5 minutes, the constituent 4 carried out the constituent 3 in 25 minutes, and was carried out in 5 minutes, and the constituent 1 carried out set-to-touch [ of the constituent 5 ] in 20 minutes. The physical properties of the hardened material which obtained this sheet by neglecting it for seven days under the same atmosphere are shown in Tables 2-6. The above-mentioned constituent is put into a well-closed container, and the physical properties about the 2-mm-thick sheet made from the thing neglected for seven days at the temperature of 70 \*\* and the thing neglected for six months at 20 \*\* are also shown in Tables 2-6.

[0032]It was checked that the hardened material produced from the result of Tables 2-6

by the constituent of this invention being excellent in preservation stability, and hardening it after preservation is excellent in various physical properties. When the adhesion characteristic was checked with the test method according to JIS A 5758, as shown in Table 7, it was checked that the constituents 1-4 manufactured in Examples 1 and 2 excel the constituent 5 of a comparative example in each. pH was measured about the extracted water of the hardened material (20 \*\*55%RHx seven days) of the constituents 1 and 5. As a result, as shown in Table 8, pH of the hardened material of the constituent 5 in which pH of the hardened material of the constituent 1 which uses kaolin clay used the acescence and calcium carbonate was alkalescence. It was checked by pH of the hardened material that the influence of a filler is great.

[0033]

[Table 1]

	20℃×50時間後の モーターの波形	20℃×500時間後の モーターの波形
組成物1	3個とも異常無し	同左
組成物2	3個とも異常無し	同左
組成物3	3個とも異常無し	同左
組成物4	3個とも異常無し	同左
組成物5	3個とも異常無し	同左

[0034]

[Table 2]

組成物1	指触乾燥時間 (分)	硬さ (JIS-A)	伸び (%)	引張強さ (kgf/cm <sup>2</sup> )
初期物性	25	55	210	35
70℃7日間保存後	40	54	230	33
20℃6ヶ月間保存	35	57	220	36

[0035]

[Table 3]

組成物2	指触乾燥時間 (分)	硬さ (JIS-A)	伸び (%)	引張強さ (kgf/cm <sup>2</sup> )
初期物性	5	50	220	33
70℃7日間保存後	8	51	230	34
20℃6ヶ月間保存	7	50	200	30

[0036]

[Table 4]

組成物3	指触乾燥時間 (分)	硬さ (JIS-A)	伸び (%)	引張強さ (kgf/cm <sup>2</sup> )
初期物性	25	50	250	36
70℃7日間保存後	33	49	270	32
20℃6ヶ月間保存	30	52	260	35

[0037]

[Table 5]

組成物4	指触乾燥時間 (分)	硬さ (JIS-A)	伸び (%)	引張強さ (kgf/cm <sup>2</sup> )
初期物性	5	45	210	32
70℃7日間保存後	5	44	210	30
20℃6ヶ月間保存	5	45	200	33

[0038]

[Table 6]

組成物5	指触乾燥時間 (分)	硬さ (JIS-A)	伸び (%)	引張強さ (kgf/cm <sup>2</sup> )
初期物性	27	52	240	31
70℃7日間保存後	—(未硬化)	—	—	—
20℃6ヶ月間保存	24Hr以上	5	450	1.1

(Note) Physical properties are measured according to the method of JIS K 6301. [0039]

[Table 7]

接着特性	引張り接着強さ kgf/cm <sup>2</sup>	凝集破壊率%
組成物1	8.1	100
組成物2	7.9	100
組成物3	8.4	100
組成物4	8.2	100
組成物5	3.9	60

(Note) The rate of cohesive failure; it is shown that destruction of the ceiling itself and 100% remain in the adherend surface thoroughly.

[0040]

[Table 8]

	組成物1	組成物5	純水
抽出水の Ph	5.2	6.2	5.6

It was proved that the silicone composition of this invention was excellent in preservation stability and the adhesion characteristic, and it was further very hard to start a contact fault from the result of the above example and a comparative example. It was checked from measurement of pH with great influence by a filler also about the hardened material that there are very few alkalis.

[0041]

[Effect of the Invention] Under seal, the constituent of this invention is stable, when it puts into the air, with the hygroscopic surface moisture, is hardened promptly and serves as a rubber elastomer. Since it is excellent in preservation stability and the adhesion characteristic compared with the silicone composition which uses conventional calcium carbonate since an acid bulking agent, especially kaolin clay were used for this constituent as a bulking agent, and also there is very little discharge of an alkali, it is lost. [ of most things for which a contact fault is caused ] If a high boiling point alpha-silyl ester compound is furthermore blended as hardening agent and preservation stabilizer, Compared with the thing using the conventional low-boiling point silane compound, generating of a contact fault will be controlled further, and also if the preservation stability of a constituent and hardenability also improve further, for example, after the storage for six months is put into the air, the hardened material which hardens promptly and has outstanding physical properties will be given.

[0042] The constituent of this invention has very little discharge of an alkali, and, moreover, does not emit toxic or corrosive gas at the time of hardening. Since this hardened material is further pasted up to a various substrate, especially a metal surface well, without making a curing treatment side produce rust, it is especially useful as the sealing material for clean rooms, and a charge of electric electronic component material (adhesives), and also useful in a wide range of fields as the sealing compound to a

various substrate, a caulking agent, coating, a releasing treatment agent, and a textiles processing agent.

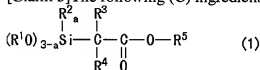
[Claim 1](A) A room-temperature-curing nature organopolysiloxane constituent for clean rooms in which viscosity at 25 °C by which molecular chain terminals were blocked with a hydroxyl group, 1-3 alkoxy groups, or a BINIROKISHI group contains diorganopolysiloxane and (B) acidity bulking agent of 25 or more cSt.

[Claim 2](B) The room-temperature-curing nature organopolysiloxane constituent according to claim 1 whose acid bulking agent of an ingredient is kaolin clay.

[Claim 3](B) The room-temperature-curing nature organopolysiloxane constituent according to claim 1 or 2 whose acid bulking agent of an ingredient is the kaolin clay by which the surface treatment was carried out.

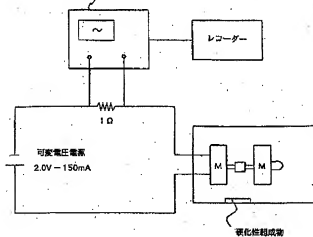
[Claim 4](A) The room-temperature-curing nature organopolysiloxane constituent according to any one of claims 1 to 3 annular [ of the degrees of polymerization 3-20 as an impurity of diorganopolysiloxane of an ingredient ] and whose content of a straight-chain-shape siloxane are 0.1 or less % of the weight.

[Claim 5]The following (C) ingredient (C) general formula (1) : [Formula 1]



the inside of a formula,  $\text{R}^1$ , and  $\text{R}^2$  -- a methyl group or an ethyl group, and  $\text{R}$ , [  $\text{R}^3$  and ]  $\text{R}^4$  is a monovalent hydrocarbon group of a hydrogen atom, unsubstituted, or substitution respectively,  $\text{R}^5$  is a monovalent hydrocarbon group of unsubstituted [ with a carbon numbers of six or more ] or substitution, and  $a$  is an integer of 0 or 1. The room-temperature-curing nature organopolysiloxane constituent containing the alkoxy alpha-silylester shown according to any one of claims 1 to 4.

ストレージスコープ (シンクロスコープ)



(19) 日本国特許庁 (J P)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-26731

(P2000-26731A)

(43) 公開日 平成12年1月25日 (2000.1.25)

(51) Int. Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テマコード (参考)
C 0 8 L	83/06	C 0 8 L 83/06	4 H 0 1 7
C 0 8 K	3/34	C 0 8 K 3/34	4 J 0 0 2
	5/54	5/54	
C 0 9 K	3/10	C 0 9 K 3/10	G
			Q

審査請求 未請求 請求項の数 5 F D (全 9 頁)

(21) 出願番号	特願平10-211896	(71) 出願人	000002060 信越化学工業株式会社 東京都千代田区大手町二丁目6番1号
(22) 出願日	平成10年7月10日 (1998.7.10)	(72) 発明者	坂本 隆文 群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10 信越化学工業株式会社シリコン電子材料 技術研究所内
		(72) 発明者	三宅 正俊 群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10 信越化学工業株式会社シリコン電子材料 技術研究所内
		(74) 代理人	100084308 弁理士 岩見谷 周志

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 クリーンルーム用室温硬化性オルガノポリシロキサン組成物

## (57) 【要約】

【課題】 塩基性物質を放出せず、また接点障害を起こすことがなく、しかも保存安定性、接着性共に優れた、特にクリーンルーム用シーリング材や電気電子用接点部材周辺に用いる材料として好適な、脱アルコール型の室温硬化性シリコン組成物を提供する。

【解決手段】 (A) 分子鎖末端が、水酸基、もしくは1～3個のアルコキシ基またはビニロキシ基で封鎖されたジオルガノポリシロキサン、および (B) カオリンクレーのような酸性充填剤を含有してなるクリーンルーム用室温硬化性オルガノポリシロキサン組成物。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】(A) 分子鎖末端が、水酸基、もしくは1～3個のアルコキシ基またはビニロキシ基で封鎖された25℃における粘度が25cSt以上のジオルガノポリシロキサン、および

(B) 酸性充填剤を含有してなるクリーンルーム用室温硬化性オルガノポリシロキサン組成物。

【請求項2】(B) 成分の酸性充填剤が、カオリンクレーである請求項1記載の室温硬化性オルガノポリシロキサン組成物。

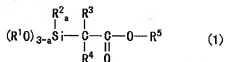
【請求項3】(B) 成分の酸性充填剤が、表面処理されたカオリンクレーである請求項1又は2記載の室温硬化性オルガノポリシロキサン組成物。

【請求項4】(A) 成分のジオルガノポリシロキサンの不純物としての重合度3～20の環状及び直鎖状シロキサンの含有量が0.1重量%以下である請求項1～3のいずれかに記載の室温硬化性オルガノポリシロキサン組成物。

【請求項5】さらに下記(C)成分

(C) 一般式(1)：

【化1】



(式中、R<sup>1</sup>、R<sup>2</sup>はメチル基またはエチル基、R<sup>3</sup>、R<sup>4</sup>は各々、水素原子、または非置換または置換の一面炭化水素基であり、R<sup>5</sup>は炭素数6以上の非置換または置換の一面炭化水素基であり、aは0または1の整数である。)で示されるアルコキシ-α-シリルエステルを含有する請求項1～4のいずれかに記載の室温硬化性オルガノポリシロキサン組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、室温硬化性オルガノポリシロキサン組成物に関し、特にクリーンルーム用シーリング材や電気電子用接点部材周辺に用いる材料として好適な脱アルコール型の室温硬化性オルガノポリシロキサン組成物に関する。

【0002】

【従来の技術】クリーンルーム用シーリング材や電気電子用接点部材周辺に用いる材料として耐熱性、電気特性及び作業性の面から、特に脱アルコール型の室温硬化性オルガノポリシロキサン組成物が多用されている。しかしながら、この種のオルガノポリシロキサン(シリコン)組成物においては、ベースポリマーであるオルガノポリシロキサン中に不純物として揮発性の低分子シロキサンや、保存安定剤兼硬化剤として低沸点のシラン化合物が含まれているために、上記組成物を電気接点部のように蓄熱される場所に使用した場合には、前記低分子シ

ロキサンまたは低沸点シラン化合物が揮発し、接点で発生するスパークによって燃焼して二酸化硅素(シリカ)になり、接点に付着する。その結果、接点部分が絶縁膜で覆われた状態となり、モーター回路、リレー回路等が正常な機能を果たさなくなるという接点障害を起こす欠点がある。なお、近年、ストップ法などの技術の向上により、低分子シロキサンの含有量が極力低減されたベースポリマーが生産されるようになったので、低分子シロキサンによる接点障害の問題は改善されてきたが、まだ不十分である。

【0003】一方、近年におけるクリーンルーム用シーリング材への要求は、クリーンルーム内で半導体の製造に使用されるレジストの感度を低下させないため、シーリング材からの塩基性物質の揮発成分の含有量を従来のppm単位からppb単位まで低減した厳しい条件が要求されている。従って、シーリング材の接着性、機械的強度などの補強効果を目的として添加される充填剤についても対策が必要となっている。従来のクリーンルーム用シーリング材では、充填剤として主に炭酸カルシウムが使用されているため、この塩基性物質より半導体レジスト等への悪影響を起こす恐れがあった。また炭酸カルシウムでは、十分な保存安定性、接着性が得られなかった。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】従って、本発明の目的は、塩基性物質を放出せず、また接点障害を起こすことがなく、しかも保存安定性、接着性に優れた、特にクリーンルーム用シーリング材や電気電子用接点部材周辺に用いる材料として好適な、脱アルコール型の室温硬化性シリコン組成物を提供することにある。

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、従来技術における以上のような問題を解消するため、種々検討した結果、充填剤として酸性充填剤、特にカオリンクレーを使用することにより、上記目的を達成できることを見出し、本発明に到達した。

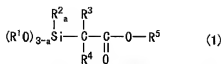
【0006】即ち本発明は、(A) 分子鎖末端が、水酸基、もしくは1～3個のアルコキシ基またはビニロキシ基で封鎖されたジオルガノポリシロキサン、および

(B) 酸性充填剤を含有してなるクリーンルーム用室温硬化性オルガノポリシロキサン組成物を提供する。

(B) 成分の酸性充填剤としては、カオリンクレーまたは表面処理されたカオリンクレーであることが好ましい。また(A)成分のジオルガノポリシロキサンとしては、不純物としての重合度3～20の環状及び直鎖状シロキサンの含有量が0.1重量%以下としたものが好ましい。本発明の組成物は、さらに(C)一般式(1)：

【0007】

【化2】



(但し、式中 $R^1$ 、 $R^2$ はメチル基またはエチル基、 $R^3$ 、 $R^4$ は各々、水素原子、または非置換または置換の一面炭化水素基であり、 $R^5$ は炭素数6以上の非置換または置換の一面炭化水素基であり、 $a$ は0または1の整数である。)で示されるアルコキシ- $\alpha$ -シリルエステルを含有することが好ましい。

【0008】

【発明の実施の形態】(A) ジオルガノポリシロキサン  
本発明の組成物を構成する(A)成分のジオルガノポリシロキサンは、この組成物のベースポリマーあり、例えば平均組成式(1)：



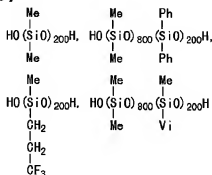
(ここで、Rは独立に置換もしくは非置換の一面炭化水素基であり、 $c$ は1、90〜2.05の数である。)で示されるものが挙げられ、基本的には直鎖状であるが、一部分岐してもよい。

【0009】平均組成式(1)において、Rとしては炭素数1〜10、特に1〜8のものが好ましく、具体的にはメチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基等の炭素数1〜8のアルキル基；ビニル基、アリル基等の炭素数2〜6のアルケニル基；フェニル基、トリル基等の炭素数6〜18のアリール基；ベンジル基、2-フェニルエチル基等の炭素数7〜21のアラルキル基；およびこれら基の水素原子の一部または全部をハロゲン原子などで置換したクロロメチル基、3, 3, 3-トリフルオロ

ロピル基等が挙げられる。このようなアルコキシ基含有有機珪素化合物としては下記の化合物を例示することができる。なお、下記式中Meはメチル基、Phは置換または非置換のフェニル基、Viはビニル基を表す。

【0010】

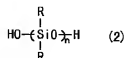
【化3】



等の一般式(2)：

【0011】

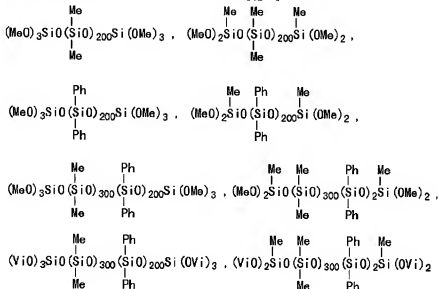
【化4】



(但し、Rは前記に同じ、 $n$ は25℃における粘度が25cStとなる数を表す。)で示される $\alpha$ 、 $\omega$ -ジオルガノポリシロキサンジオール；

【0012】

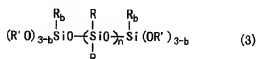
【化5】



等の一般式(3)：

【0013】

【化6】





(但し、R、nは前記に同じ、R'は炭素数1~4のアルキル基、又はビニル基を表し、bは0又は1である。)で示される末端アルコキシ又はビニロキシジオルガノポリシロキサン。

【0014】また(A)成分としては、不純物としての重合度3~20の環状及び直鎖状シロキサンの含有量が各々0.1重量%以下であり、特に重合度が10以下の低分子シロキサンの含有量が0.03重量%以下のものが好適に使用される。(A)成分の25℃における粘度は、通常25cSt以上、好ましくは25~100,000cSt、特に100~50,000cStである。これにより、本発明の組成物から得られる硬化物は、良好なゴム弾性および優れた機械的強度を示す。

#### 【0015】(B)酸性充填剤

次に、本発明の最も重要な構成要素である(B)成分の充填剤は、酸性充填剤である。酸性充填剤は、酸性の充填剤であれば制限されないが、カオリンクレーが好適である。カオリンクレーとしては、未処理のもの、表面がシランカップリング剤等で処理されたもの、瞬間焼成でクレーの結晶構造を変化させたもの、二重焼成により白色度を向上させたもの等の処理されたクレー等が例示され、中でも処理されたカオリンクレーが好ましい。カオリンクレーの市販品としては、パーゲスビグメント社のカオリンクレーアイスキップKやカオリンクレーKE等のパーゲスクレーが有用である。(B)成分の配合量は、(A)成分100重量部に対し、通常1~400重量部の範囲であり、好ましくは5~200重量部の範囲である。1重量部未満ではこの組成物から得られる硬化物が十分な機械的強度を示さなくなることがあり、400重量部を超えると、得られる組成物の粘度が増大して作業性が悪くなるばかりでなく、硬化後のゴム強度が低下して所望のゴム弾性が得難くなることがある。

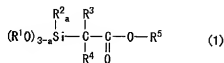
#### 【0016】(C)アルコキシ-α-シリルエステル

本発明の組成物には、組成物の硬化性および保存安定性をさらに向上させるため、(C)成分として下記一般式(1)で示されるアルコキシ-α-シリルエステルを含有することが好ましい。

一般式(1)：

【0017】

【化7】



【0018】一般式(1)において、R<sup>1</sup>、R<sup>2</sup>はメチル基またはエチル基であり、R<sup>3</sup>、R<sup>4</sup>は各々、水素原子、または非置換または置換の一端炭化水素基であり、R<sup>5</sup>は炭素数6以上の非置換または置換の一端炭化水素基であり、aは0または1の整数である。R<sup>3</sup>、R<sup>4</sup>としては、例えば水素原子；メチル基、エチル基、プロピル

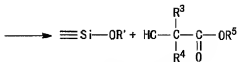
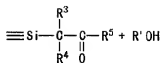
基、ブチル基、2-エチルヘキシル基等の炭素数1~10のアルキル基；ビニル基等の炭素数2~10のアルケニル基；フェニル基；シクロヘキシル基；およびこれらの基の水素原子の少なくとも一部をハロゲン原子等で置換した基等が挙げられ、中でも水素原子、メチル基、エチル基、プロピル基が好ましい。また、R<sup>5</sup>としては、例えばフェニル基等の炭素数6~12のアリー基；炭素数6~30のアルキル基；シクロヘキシル基；およびこれらの基の水素原子の少なくとも一部をハロゲン原子等で置換した基等が挙げられ、中でもフェニル基、炭素数6~20のアルキル基が好ましい。

【0019】本発明者らは、先に提案した特開平3-47868において、従来の脱アルコール型室温硬化性シリコン組成物の保存安定性、硬化性が低い原因は、分子鎖末端に水酸基を持つオルガノポリシロキサン中の水酸基と、充填剤に含まれる水分と反応すべきアルコキシ基を有する低分子シラン化合物中のアルコキシ基との反応性が低く、未反応のシラノール基が残存するためであること、およびアルコキシ基を有するシラン化合物と水酸基との反応によって生成するフリーのアルコールが組成物中に存在するためであることを既に突き止めている。この提案の組成物では、(A)成分としてのシロルガノポリシロキサンに(B)成分としての充填剤を混合した後、これに一定量のアルコキシシランまたはその部分分解物を空気遮断下に混合し、まず(A)成分および(B)成分中にそれぞれ含まれるシラノール基および水分を、アルコキシシランまたはその部分加水分解物と反応させて、混合物中にシラノール基およびアルコールを残存させ、次いでα-シリルエステルを添加し、残存するアルコールを除去している。そこで、本発明者らは、さらに組成物を簡素化するために、上記したα-シリルエステルの構造を鋭意検討した結果、一般式(1)の(C)成分である有機珪素化合物は高沸点のため揮発せず、しかもシラノール基やアルコールに対して高活性であることを見出し、これにより、従来技術で説明したように上記揮発性または低沸点成分による接点障害を起こさずに、保存安定性も硬化性も優れた本発明のRTVオルガノポリシロキサン組成物を得ることができた。

【0020】本発明の(C)成分として用いられる有機珪素化合物は、前記した(A)成分のシロルガノポリシロキサンおよび(B)成分の充填剤中にそれぞれ含まれるシラノール基および水分と、(C)成分のアルコキシ基との反応で発生したアルコールを、下記の式で示すように反応させて、アルコールを除去するものである。

【0021】

【化8】



(ここで、 $\text{R}^3$ 、 $\text{R}^4$ 、 $\text{R}^5$ は前記の通りであり、 $\text{R}'$ はアルキル基である。)

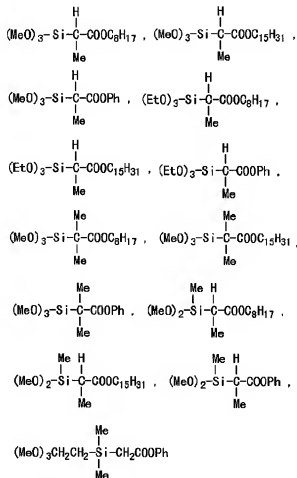
上記反応で生成するアルコキシシランあるいはアルコキ

シロキサンとエステル化合物は、本発明の組成物に何等悪影響を及ぼさない。この有機珪素化合物の添加によって、本発明の組成物はいっそう硬化性、保存安定性の優れたものとなる。

【0022】一般式(1)で示されるアルコキシ- $\alpha$ -シリルエステルとしては下記ものが例示される。式中、Meはメチル基、Etはエチル基、Phはフェニル基である。

【0023】

【化9】



上記列挙された化合物の部分加水分解物、即ち部分加水分解縮合させたシロキサンも使用し得る。

【0024】この(C)成分の有機珪素化合物の配合量は、アルコールとの反応が容易に且つ化学量論的に進行するので、前記一般式(1)で示される基をXで表して、(C)成分が有する基  $\equiv \text{Si X}$  が  $\equiv \text{Si X} / \text{ROH} \geq 1$  (モル比)

となるようにすればよい。一般に、(C)成分の配合量は、(A)成分100重量部あたり、0.1重量部以上、好ましくは20重量部以下である。(A)成分100重量部に対し0.1重量部未満ではアルコールが残存

するおそれがある。また、通常、20重量部を超えて配合する必要はなく、経済的にも不利になる。

【0025】その他の成分

本発明の組成物には、硬化触媒として従来公知の有機錫化合物、有機チタン化合物も添加可能である。有機錫化合物としては、従来からこの種の組成物に使用されている縮合反応触媒として公知のものであり、例えば、ジブチル錫ジアセテート、ジブチル錫ジオクテート、ジブチル錫ジラウレート、ジブチル錫ジオレート、ジフェニル錫ジアセテート、ジブチル錫オキサイド、ジブチル錫ジメトキシサイド、ジブチルビス(トリエトキシシロキシ)

錫、ジブチル錫ペンジメレート等を挙げることができる。また、有機チタン化合物も同様、従来からこの種の組成物に使用されている縮合反応触媒として公知のものであり、例えばテトライソプロポキシチタン、テトラブトキシチタン、チタンジイソプロポキシジドビス(エチルアセトアセテート)等を挙げることができる。この硬化触媒の配合量は、(A)成分100重量部に対し、0.01~10重量部、好ましくは0.1~2重量部である。少なすぎると硬化触媒としての機能が十分に発揮されないために、硬化時間が長くなる。さらに、多すぎるとこの組成物の保存安定性が低くなる。

【0026】本発明の組成物には、得られるシリコーンゴム弾性体の機械的性質を向上させるために、フェウムドシリカ系の充填剤を添加してもよく、さらにはその物性を調節する目的でチクソトロピー付与剤、耐熱性向上剤、着色剤、接着性付与剤(例えばメチルトリメトキシシラン)などを添加することも可能である。

#### 【0027】組成物の調製および用途

本発明の組成物は、(A)成分、(B)成分および必要ならば(C)成分、その他の添加成分を混合して調製される。こうして得られる本発明の組成物は湿気により、硬化してシリコーンゴム弾性体となる。このゴム弾性体はシリコーンゴムの特徴である優れた耐熱性、耐候性、低温特性を有するため、広範な分野での実用が可能である。特にクリーンルーム用シリコン材や電気電子用接点部材周辺に用いる材料として好適である。

#### 【0028】

【実施例】次に、本発明の組成物を構成する(A)成分のオルガノポリシロキサンを含む例および実施例により、本発明を説明する。なお、例中の部は重量部を、また粘度は25℃での測定値を示す。

#### 実施例1

両末端がヒドロキシ基で封鎖されたポリジメチルシロキサンで、低分子含有率は、重合度10以下のものが0.01重量%以下、且つ重合度3~20のものが0.05wt%以下で、粘度が5,000cStのポリジメチルシロキサン55部に、カオリンクレー(バーゲスビグメント社製商品名カオリンクレーアスキャップK)45部を均一に混合してベースコンパウンドを製造した。ついで、該ベースコンパウンド100部に、メチルトリメトキシシラン3部、チタンジイソプロポキシジドビス(エチルアセトアセテート)2.5部を配合して湿分遮断、減圧下で15分間攪拌してRTVオルガノポリシロキサン組成物を調製した(組成物1)。また、該ベースコンパウンド100部に、2-トリメトキシシリプロピオン酸2-エチルヘキシル6部、ジブチル錫ジオクトエート0.2部を加え、湿分遮断、減圧下で15分間攪拌してRTVオルガノポリシロキサン組成物を調製した(組成物2)。

#### 【0029】実施例2

分子両末端が3個のアルコキシ基で封鎖されたポリジメチルシロキサンで、低分子含有率は、重合度10以下のものが0.01重量%以下、且つ重合度3~20のものが0.05wt%以下で、粘度が8,000cStのポリジメチルシロキサン55部に、表面処理されたカオリンクレー(バーゲスビグメント社製商品名カオリンクレーK-E)45部を均一に混合してベースコンパウンドを製造した。ついで、該ベースコンパウンド100部に、メチルトリメトキシシラン3部、チタンジイソプロポキシジドビス(エチルアセトアセテート)2.5部を配合して湿分遮断、減圧下で15分間攪拌してRTVオルガノポリシロキサン組成物を調製した(組成物3)。また、該ベースコンパウンド100部に、2-トリメトキシシリプロピオン酸2-エチルヘキシル6部、ジブチル錫ジオクトエート0.2部を加え、湿分遮断、減圧下で15分間攪拌してRTVオルガノポリシロキサン組成物を調製した(組成物4)。

#### 【0030】比較例1

両末端がヒドロキシ基で封鎖されたポリジメチルシロキサンで、低分子含有率は、重合度10以下のものが0.01重量%以下、且つ重合度3~20のものが0.05重量%以下で、粘度が5,000cStのポリジメチルシロキサン55部に、炭酸カルシウム45部を均一に混合してベースコンパウンドを製造した。ついで、該ベースコンパウンド100部に、メチルトリメトキシシラン3部、チタンジイソプロポキシジドビス(エチルアセトアセテート)2.5部を配合して湿分遮断、減圧下で15分間攪拌してRTVシロキサン組成物を調製した(組成物5)。次に得られた未硬化物100gを容積5lの容器に入れ、図1に示した可変電圧電源(2.0V~150mA)によるマイクロモーター(M)の実験試験を行い、このモーターの波形をシンクスコープを用いて観察した。波形が異常となった時点で接点不良になったものとして、これらの組成物についての接点不良の発生を調べたところ、表1に示した通りの結果が得られた。また参考のため、重合度3~20の低分子シロキサンの含有量が0.5重量%である両末端ヒドロキシポリジメチルシロキサンを使用した以外は同様にしてRTVシロキサン組成物を調製し、接点不良の発生を調べたところ、3個ともモーターがストップした。

【0031】つぎに、各組成物を厚さ2mmのシート状に押し出し、20℃・55%RHの空気に曝したところ、組成物1は25分間で、組成物2は5分間で、組成物3は25分間で、組成物4は5分間で、組成物5は20分間で指乾乾燥した。該シートを同じ雰囲気下で7日間放置して得た硬化物の物性を表2~6に示す。また、上記の組成物を密閉容器に入れて、70℃の温度で7日間放置したものと、及び20℃で6ヵ月間放置したものから作った厚さ2mmのシートについての物性を表2~6に示す。

【0032】表2～6の結果から、本発明の組成物は保存安定性に優れ、また保存後に硬化して得られる硬化物は、各種物性に優れていることが確認された。さらに、接着特性をJIS A 5758に準ずる試験方法で確認したところ、表7に示すように、実施例1、2で製造した組成物1～4はいずれも比較例の組成物5より優れていることが確認された。また組成物1及び5の硬化物(20℃55%RH×7日)の抽出水について、pHの測

定を行った。その結果、表8に示すように、カオリンクレーを使用した組成物1の硬化物のpHは弱酸性、炭酸カルシウムを使用した組成物5の硬化物のpHは弱アルカリ性であった。硬化物のpHには充填材の影響が大きいことが確認された。

【0033】

【表1】

	20℃×50時間後の モーターの減速	20℃×500時間後の モーターの減速
組成物1	3個とも異常無し	同左
組成物2	3個とも異常無し	同左
組成物3	3個とも異常無し	同左
組成物4	3個とも異常無し	同左
組成物5	3個とも異常無し	同左

【0034】

【表2】

組成物1	指触乾燥時間 (分)	硬さ (JIS-A)	伸び (%)	引張強さ (kgf/cm <sup>2</sup> )
初状態	25	55	210	35
70℃7日間保存後	40	54	230	33
20℃6ヶ月間保存	35	57	220	36

【0035】

【表3】

組成物2	指触乾燥時間 (分)	硬さ (JIS-A)	伸び (%)	引張強さ (kgf/cm <sup>2</sup> )
初状態	5	50	220	33
70℃7日間保存後	8	51	230	34
20℃6ヶ月間保存	7	50	200	30

【0036】

【表4】

組成物3	指触乾燥時間 (分)	硬さ (JIS-A)	伸び (%)	引張強さ (kgf/cm <sup>2</sup> )
初状態	25	50	250	36
70℃7日間保存後	33	49	270	32
20℃6ヶ月間保存	30	52	260	35

【0037】

【表5】

組成物4	指触乾燥時間 (分)	硬さ (JIS-A)	伸び (%)	引張強さ (kgf/cm <sup>2</sup> )
初状態	5	45	210	32
70℃7日間保存後	5	44	210	30
20℃6ヶ月間保存	5	45	200	33

【0038】

【表6】

組成物5	指触乾燥時間 (分)	硬さ (JIS-A)	伸び (%)	引張強さ (kgf/cm <sup>2</sup> )
初状態	27	52	240	31
70℃7日間保存後	—(未硬化)	—	—	—
20℃6ヶ月間保存	24H以上	5	450	1.1

(注) 物性はJIS K 6301の方法に準じて測定

【表7】

【0039】

接着特性	引張り接着強度 $\text{kgf/cm}^2$	凝集破壊率%
組成物1	8.1	100
組成物2	7.9	100
組成物3	8.4	100
組成物4	8.2	100
組成物5	3.9	60

(注) 凝集破壊率; シーリング自体の破壊、100%が被着体表面に完全に残っていることを示す。

【0040】

【表8】

	組成物1	組成物5	純水
抽出水の pH	5.2	6.2	5.6

以上の実施例及び比較例の結果から、本発明のシリコン組成物は保存安定性、接着特性に優れ、さらに、極めて接点障害を起こし難いことが実証された。また、硬化物に関しても充填材による影響が大きい pH の測定から、塩基性物質が極めて少ないことが確認された。

【0041】

【発明の効果】本発明の組成物は、密封下では安定で、空气中に曝したときは、その湿分によって速やかに硬化してゴム弾性体となる。この組成物は、充填剤として、酸性充填剤、特にカオリンクレーを用いたので、従来の炭酸カルシウムを使用したシリコン組成物に比べて、保存安定性、接着特性に優れる上、塩基性物質の放出が

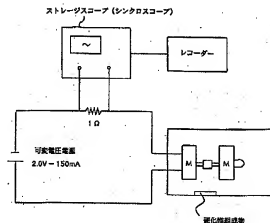
極めて少ないことから、接点障害を起こすことは殆どなくなる。さらに硬化剤兼保存安定剤として高沸点  $\alpha$ -シリルエステル化合物を配合すると、従来の低沸点シラン化合物を用いたものに比べて、接点障害の発生がさらに抑制される上、組成物の保存安定性、硬化性もいっそう向上し、例えば6ヶ月間の貯蔵後も空气中に曝すと速やかに硬化して、優れた物性を持つ硬化物を与える。

【0042】さらに、本発明の組成物は塩基性物質の放出が極めて少なく、しかも硬化時に毒性あるいは腐食性のガスを放出せず、また硬化処理面に錆を生じさせることもなく、更にこの硬化物は各種基材、特に金属面に良く接着するので、特にクリーンルーム用シーリング材、電気電子部品用材料（接着剤）として有用である他、各種基材に対するシール剤、コーキング剤、被覆剤、離型処理剤として、また繊維処理剤として、広い分野に有用である。

【図面の簡単な説明】

【図1】実施例で使用した、接点不良を試験するための実装試験機の概略図である。

【図1】



フロントページの続き

F ターム(参考) 4H017 AA04 AA27 AB15 AC01 AC05  
AE03 AF05  
AJ002 CP051 CP061 CP121 DJ036  
EX037 FB096 FD010 FD016  
GJ02